

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

(11) N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 691 473

(21) N° d' enregistrement national :

92 06201

(51) Int Cl<sup>5</sup> : C 11 D 7/52, C 09 K 3/18, B 01 F 17/18//C 03 C 23/00,  
C 23 G 5/028(C 11 D 7/52, 1:62)

(12)

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 21.05.92.

(71) Demandeur(s) : ELF ATOCHEM (S.A.) — FR.

(30) Priorité :

(43) Date de la mise à disposition du public de la  
demande : 26.11.93 Bulletin 93/47.

(72) Inventeur(s) : Bil Martine, Boussaguet Jean-Charles,  
Desbiendras Daniel, Fouquay Stéphane et Michaud  
Pascal.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche : Se reporter à la fin du présent fascicule.

(73) Titulaire(s) :

(60) Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

(74) Mandataire : Leboulenger Jean Elf Atochem S.A.

(54) Compositions pour le démouillage ou le dégraissage de surfaces solides.

(57) L'invention a pour objet des compositions de démouil-  
lage ou de dégraissage à base de solvants aliphatiques ha-  
logénés contenant en solution au moins un mono- ou dial-  
kylphosphate d'amine fluorée, au moins un mono- ou  
dialkylphosphate d'ammonium quaternaire et éventuelle-  
ment un chlorure d'aminonium quaternaire.

FR 2 691 473 - A1



- 1 -

COMPOSITIONS POUR LE DEMOUILAGE OU LE  
DEGRAISSEAGE DE SURFACES SOLIDES

La présente invention concerne le domaine du traitement des surfaces et a plus particulièrement pour objet de nouvelles compositions pour éliminer l'eau ou les graisses se trouvant à la surface de divers substrats tels que, par exemple, articles métalliques, verre et matières plastiques.

Des dispositifs et compositions pour le démoillage en continu des surfaces sont déjà connus et ont été décrits, par exemple, dans les brevets FR 1 541 592, FR 2 229 308 et US 4 182 687. Ce dernier décrit notamment une composition de démoillage constituée d'un chlorofluorocarbure, principalement le 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroéthane, contenant un mono- ou dialkylphosphate d'ammonium quaternaire comme agent tensio-actif. Cet agent tensio-actif peut être formé *in situ* par réaction d'un acide mono- ou dialkylphosphorique, d'un chlorure d'ammonium quaternaire et d'une alkylamine au sein du chlorofluorocarbure.

Dans un procédé de séchage en continu qui implique la séparation de l'eau entraînée avant le recyclage de la composition de démoillage, il est souhaitable que l'émulsion formée par la composition de démoillage avec l'eau extraite se sépare rapidement en deux phases pour permettre l'élimination de la couche aqueuse avant de recycler la composition de démoillage.

Pour améliorer la vitesse de désémulsionnement des compositions de démoillage à base de mono- ou dialkylphosphate d'ammonium quaternaire, il a été préconisé dans le brevet FR 2 522 007 de remplacer l'alkylamine du brevet US 4 182 687 par une amine fluorée de formule générale :



dans laquelle  $\text{R}_F$  représente un radical perfluoroalkyle, linéaire ou ramifié, contenant de 2 à 20 atomes de carbone,  $\text{X}$  désigne un groupe de liaison bivalent éventuellement partielle-

- 2 -

ment halogéné, et les symboles  $R^1$  et  $R^2$ , identiques ou différents, représentent chacun un atome d'hydrogène ou un radical alkyle ou hydroxyalkyle contenant 1 à 4 atomes de carbone.

Les compositions de démouillage de ce brevet français sont préparées en mélangeant, au sein du solvant chlorofluorocarbure, un acide mono-ou dialkyl-phosphorique de formule générale :



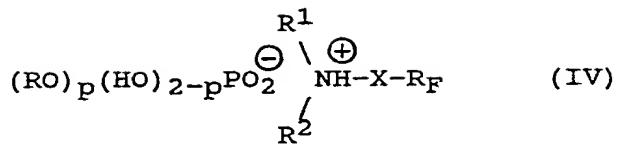
dans laquelle  $p$  est un nombre allant de 1 à 2 et  $R$  désigne un radical alkyle, linéaire ou ramifié, contenant de 1 à 18 atomes de carbone, un chlorure d'ammonium quaternaire de formule générale :



dans laquelle  $R'$  désigne un radical alkyle, linéaire ou ramifié, contenant de 6 à 18 atomes de carbone et  $R''$  est un radical méthyle ou éthyle, et une amine fluorée de formule (I) ci-dessus. Ce mode de préparation conduit à la formation d'un précipité de chlorhydrate d'amine fluorée qu'il est souhaitable d'éliminer par filtration pour obtenir une composition de démouillage parfaitement homogène.

Il a maintenant été trouvé qu'on peut encore diminuer considérablement le temps de désémulsionnement et accélérer ainsi la séparation des phases aqueuse et organique en remplaçant une fraction de l'amine fluorée par une base alcaline et en introduisant en dernier le chlorure d'ammonium quaternaire de formule (III). Ceci permet en outre d'éviter une précipitation, même partielle, de chlorhydrate d'amine fluorée.

L'invention a donc principalement pour objet une composition de démouillage constituée essentiellement d'une solution de matière tensio-active dans au moins un solvant aliphatique halogéné liquide à température ambiante et ayant un point d'ébullition n'excédant pas 85°C, caractérisée en ce que la matière tensio-active comprend au moins un composé de formule générale :



au moins un composé de formule générale :



et éventuellement un composé de formule (III) ci-dessus, à raison de 0,5 à 0,7 mole de composé(s) de formule (IV), de 0,5 à 0,3 mole de composé(s) de formule (V) et de 0 à 0,5 mole de composé de formule (III) par mole de composés (IV) et (V), les symboles  $p$ ,  $R$ ,  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R'$ ,  $R''$ ,  $R_F$  et  $X$  ayant les mêmes significations que précédemment.

Comme dans les compositions de la technique antérieure, la teneur en matière tensio-active des compositions selon l'invention peut varier dans de larges limites. Cette teneur est généralement faible (de 0,01 à 1 % en poids) dans les compositions de démouillage prêtes à l'emploi, mais elle peut atteindre jusqu'à 30 % en poids dans des compositions concentrées qu'il suffit de diluer pour l'opération de démouillage.

Comme dans les compositions de la technique antérieure, le solvant peut être un chlorofluorocarbure, en particulier le 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroéthane connu sous la désignation CFC 113. Cependant, la formulation spécifique de la matière tensio-active selon l'invention permet l'utilisation d'autres solvants que les CFC. Ainsi, à titre non limitatif, on peut utiliser :

- des hydrochlorofluorocarbures de la série de l'éthane ou du propane tels que, par exemple, le 1,1-dichloro-1-fluoroéthane (HCFC 141b), le 1,1-dichloro-2,2,2-trifluoroéthane (HCFC 123), le 1,1-dichloro-2,2,3,3,3-pentafluoropropane (HCFC 225 ca) ou le 1,2-dichloro-1,2,3,3,3-pentafluoropropane (HCFC 225 cb) ;

- des solvants chlorés tels que, par exemple, le chlorure de méthylène, le 1,2-dichloroéthane, le 1,1,1-trichloroé-

thane, le trichloroéthylène, le 1,2-dichloroéthylène (cis ou trans) ;

- des éthers fluorés tels que, par exemple, le 2,2,3,3,3-pentafluoropropyl méthyl éther, le 2,2,3,3,3-pentafluoropropyl difluorométhyl éther, le 2,2,3,3-tétrafluoropropyl méthyl éther, le 1,1,2,3,3-hexafluoropropyl méthyl éther et le 1-chloro-1,2,2-trifluoroéthyl difluorométhyl éther ;

- des mélanges de ces solvants entre eux ou avec des hydrocarbures saturés ou non tels que, par exemple, les (perfluoroalkyl)éthylènes mentionnés dans la demande de brevet EP 443911, les fluoroalcanes tertiaires mentionnés dans le brevet US 5 059 728 et le 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-décafluoropentane.

Le solvant est de préférence choisi parmi les composés ininflammables. D'autre part, dans le cas de mélanges de solvants, on préfère utiliser les mélanges azéotropiques ou pseudo-azéotropiques.

Parmi les compositions selon l'invention, on préfère plus particulièrement celles dans lesquelles les composés (IV) et (V) sont présents en proportion sensiblement équimolaire et dont la teneur en composés (III) est comprise entre 0,1 et 0,5 mole, de préférence environ 0,2 mole, par mole de composés (IV) et (V).

Les compositions selon l'invention peuvent être préparées en faisant réagir, au sein d'un solvant aliphatique halogéné ou d'un mélange de tels solvants, une mole d'acide mono- ou dialkylphosphorique (II) avec 0,5 à 0,7 mole d'amine fluorée (I), 0,5 à 0,3 mole d'une base alcaline et 0,3 à 1 mole d'un chlorure d'ammonium quaternaire (III), en proportions telles que le rapport molaire : (amine I + base alcaline)/acide II soit égal à 1, que la quantité molaire de chlorure III soit au moins égale à celle de base alcaline et que le rapport molaire : (chlorure III - base alcaline)/acide II soit au plus égal à 0,5, de préférence égal à environ 0,2. Le chlorure (III) doit en outre être toujours introduit en dernier. L'ordre d'introduction des autres réactifs n'est pas critique, mais on préfère les introduire dans l'ordre suivant : (II), (I), base alcaline.

Comme base alcaline, on utilise de préférence l'hydroxyde de sodium, mais on peut également utiliser d'autres bases telles que, par exemple, l'hydroxyde de potassium, le carbonate ou le bicarbonate de sodium ou de potassium. La base alcaline peut être ajoutée telle quelle, mais on l'introduit de préférence sous forme d'une solution dans un alcool inférieur C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, par exemple le méthanol.

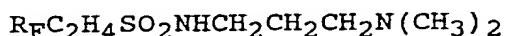
L'addition finale du composé (III) entraîne la formation rapide, souvent immédiate, d'un précipité de chlorure alcalin qu'il suffit de séparer pour obtenir la composition selon l'invention. Cette séparation peut être effectuée par tout moyen connu, par exemple par filtration, centrifugation, soutirage ou extraction à l'eau.

Bien qu'on préfère utiliser la méthode de préparation qui vient d'être décrite, les compositions selon l'invention peuvent également être obtenues en ajoutant une solution d'au moins un composé (IV), préparée séparément, à une solution d'au moins un composé (V) et éventuellement un composé (III).

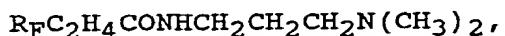
Les amines fluorées (I), les acides alkylphosphoriques (II) et les chlorures d'ammonium quaternaire (III), utilisables pour la préparation des compositions selon l'invention, sont les mêmes que ceux décrits dans le brevet FR 2 522 007 dont le contenu est incorporé ici par référence.

Comme dans le brevet précité, on préfère utiliser :

- les amines fluorées de formule :



ou



- les acides (II) dans lesquels R est un radical butyle, hexyle, 2-éthylhexyle, octyle ou tridécyle et, plus particulièrement les mélanges d'acide monoalkylphosphorique et d'acide dialkylphosphorique dont la proportion pondérale des deux acides est comprise entre environ 60/40 et 40/60,

- 6 -

- les chlorures d'ammonium quaternaire (III) dans lesquels R' est un radical dodécyle ou octadécyle et R'' est un radical méthyle, ou les produits commerciaux contenant majoritairement ces chlorures.

Les surfaces solides desquelles l'eau peut être éliminée au moyen des compositions selon l'invention peuvent être très diverses, pourvu cependant que leur substance (verre, métal, matière réfractaire, matière plastique,...) soit insoluble dans et inattaquable par le solvant aliphatique halogéné de la composition selon l'invention.

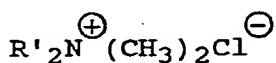
Bien qu'elles soient plus particulièrement destinées au démouillage, les compositions selon l'invention peuvent également être utilisées pour le dégraissage de surfaces solides.

L'aptitude au désémulsification des compositions selon l'invention peut être appréciée au moyen du test suivant :

50 ml de composition dont la teneur en matière tensio-active (c'est-à-dire la teneur en matière sèche) a été amenée à 0,4 g/kg sont énergiquement agités avec 20 ml d'eau pendant 30 secondes dans une éprouvette graduée, puis on laisse l'émulsion au repos et on note en fonction du temps le volume des deux phases parfaitement limpides.

Les exemples suivants illustrent l'invention sans la limiter. Ils ont été effectués avec des produits commerciaux, à savoir :

- acide butylphosphorique  $(C_4H_9O)_1,5(OH)_{0,5}PO_2H$  présentant les indices d'acidité suivants :  
acidité forte : 0,566 équivalent pour 100 g  
acidité faible : 0,276 équivalent pour 100 g  
ce qui correspond à un mélange contenant environ 40 % d'acide monobutylphosphorique et 60 % d'acide dibutylphosphorique.
- Noramium M2C : mélange de différents homologues de formule :



dont la répartition des chaînes grasses (R') est la suivante :

- 7 -

C <sub>8</sub>	3 %
C <sub>10</sub>	6 %
C <sub>12</sub>	56 %
C <sub>14</sub>	18 %
C <sub>16</sub>	10 %
C <sub>18</sub> saturé	2 %
C <sub>18</sub> insaturé	5 %

Ce produit commercial est à 75 % de matière active et contient 0,161 équivalent chlorure pour 100 g.

EXEMPLE 1 (Comparatif)

On prépare une composition de démouillage selon l'exemple 7 du brevet FR 2 522 007 en mélangeant dans 150 g de CFC 113 8,32 g de Noramium M2C (soit 13,4 méq Cl<sup>-</sup>), 2,69 g d'acide butylphosphorique (soit 15,2 méq.) et 7,82 g (soit 15,2 méq.) d'amine fluorée C<sub>6</sub>F<sub>13</sub>C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>SO<sub>2</sub>NHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.

Après 10 heures de repos et filtration, on recueille 4,2 g de précipité identifié comme étant le chlorhydrate de l'amine fluorée.

Le filtrat est ensuite dilué à l'aide de CFC 113 pour amener sa teneur en matière sèche à 0,4 g/kg et soumis au test de désémulsionnement décrit ci-dessus. On a obtenu les résultats suivants :

<u>DUREE</u> (en minutes)	<u>VOLUME (en ml) DES PHASES LIMPIDES</u>	
	Phase inférieure	Phase supérieure
3	43	14
5	47	19
10	50	20

EXEMPLE 2

Dans 150 g de CFC 113, on ajoute successivement et sous agitation :

- 2,69 g d'acide butylphosphorique
- 3,91 g (soit 7,6 mEq.) de la même amine fluorée qu'à l'exemple 1
- 3 g d'une solution méthanolique à 10 % d'hydroxyde de sodium (soit 7,6 mEq.NaOH)
- 8,32 g de Noramium M2C

Cette dernière addition provoque la formation immédiate d'un précipité de chlorure de sodium qu'on élimine par filtration (poids de NaCl recueilli : 0,4 g).

Soumis au test de désémulsionnement dans les mêmes conditions que précédemment, le filtrat conduit aux résultats suivants :

<u>DUREE</u> (en minutes)	<u>VOLUME (en ml) DES PHASES LIMPIDES</u>	
	Phase inférieure	Phase supérieure
1	49	11
2	50	20

EXEMPLE 3 : (Comparatif)

On opère comme à l'exemple 1, mais en remplaçant le CFC 113 par la même quantité de HCFC 141b.

On recueille 2,5 g de chlorhydrate d'amine fluorée et le filtrat, soumis au test de désémulsionnement, donne les résultats suivants :

- 9 -

<u>DUREE</u> (en minutes)	<u>VOLUME (en ml) DES PHASES LIMPIDES</u>	
	Phase inférieure	Phase supérieure
3	30	2
5	36	5
10	43	13

EXEMPLES 4 à 6

On répète l'exemple 2, mais en remplaçant le CFC 113 par le même poids de HCFC 141b et en faisant varier la quantité de Noramium M2C, à savoir :

- Exemple 4 : 9,46 g (soit 15,2 méq.Cl<sup>-</sup>)
- Exemple 5 : 4,73 g (soit 7,6 méq.Cl<sup>-</sup>)
- Exemple 6 : 7 g (soit 11,25 méq.Cl<sup>-</sup>)

Après élimination du précipité de chlorure de sodium (poids recueilli : 0,4 g dans chaque cas), le filtrat est dilué et soumis au test de désémulsionnement. On obtient les résultats suivants :

<u>DUREE</u> (en mn)	<u>VOLUME (ml)</u>			<u>DES</u>	<u>PHASES</u>	<u>LIMPIDES</u>
	Phase inférieure	Phase	supérieure	Ex. 4	Ex. 5	Ex. 6
3	44	42	41	11	2	5
5	48	45	45	18	7	10
8	50	-	-	20	-	-
10	-	49	50	-	19	20

EXEMPLE 7

Dans 150 g de HCFC 225ca, on ajoute successivement et sous agitation :

- 2,69 g d'acide butylphosphorique

- 10 -

- 3,91 g de la même amine fluorée qu'à l'exemple 1  
- 3 g d'une solution méthanolique à 10 % d'hydroxyde de sodium

- 7 g de Noramium M2C.

Pour éliminer le chlorure de sodium formé, le mélange est additionné avec 50 ml d'eau, agité pendant 10 minutes et laissé décanter. La décantation s'effectue rapidement et la solution concentrée d'additif tensio-actif est soutirée.

Quand cette solution est soumise au test de désémulsionnement, on obtient en seulement une minute la séparation complète des phases inférieure (50 ml) et supérieure (20 ml).

#### EXEMPLE 8

Dans les bacs de démouillage et de décantation d'une machine de séchage de 33 litres de capacité, on charge 22 litres d'une solution préparée par dilution avec du HCFC 141b d'une composition selon l'exemple 6 (teneur en matière tensio-active : 0,4 g/kg) et 11 litres de HCFC 141b pur dans la cuve de rinçage.

Une grille inox humide, provenant d'un traitement préalable de lessivage et rinçage en milieu aqueux, est plongée dans le bac de démouillage pendant 3 minutes, puis rincée pendant 3 minutes dans le HCFC 141b pur à l'ébullition.

L'évaluation de la performance de séchage a été effectuée de la façon suivante :

La grille est ensuite immergée dans 100 g d'éthanol absolu dont la teneur en eau a préalablement été déterminée par la méthode Karl-Fisher. Un nouveau dosage effectué après immersion de la grille ne révèle aucune augmentation de la teneur en eau, ce qui signifie que la composition selon l'invention permet d'obtenir une élimination complète de l'eau.

#### EXEMPLE 9

Dans une machine à ultrasons d'une capacité totale de 5 litres, on introduit 1,5 litre de la composition de l'exemple 6, diluée à 0,4 g/kg, dans la cuve de dégraissage et 3 litres de HCFC 141b pur dans la cuve de rinçage, qui déborde dans la cuve de dégraissage. L'ensemble est mis à reflux. Des plaques

- 11 -

d'aluminium (5x2 cm), enduites au chiffon de graisse EQUATEUR (Société LUBREFOR S.A.), sont plongées pendant 3 minutes dans la cuve contenant la solution d'additif, puis rincées pendant 1 minute dans la cuve de rinçage.

Après séchage à l'air, la qualité du dégraissage est appréciée par la mesure de l'angle de contact d'une goutte d'eau sur la plaque métallique. Le tableau ci-dessous rassemble les résultats.

Angle de contact

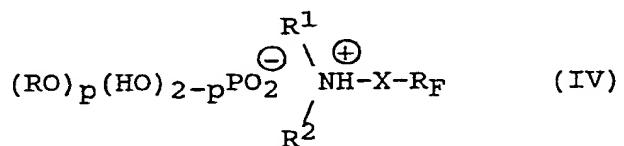
plaque étalon	10°
plaque grasse	85°
plaque nettoyée avec 141b seul	53°
plaque nettoyée avec la composition de l'exemple 6 diluée à 0,4 g/kg	25°

Avant le dépôt de graisse, toutes les plaques d'aluminium ont été nettoyées pendant 20 minutes dans une cuve à ultrasons contenant une solution à 2,5 % de lessive T12 (lessive spéciale aluminium de la Société TECS) chauffée à 60°C, puis rincées successivement dans l'eau courante (20 minutes), dans l'éthanol absolu (deux fois par trempé et une fois par aspersion) et dans du CFC 113. Les plaques ainsi nettoyées et rincées sont considérées comme propres et prises comme étalon.

REVENDICATIONS

1. Composition de démouillage ou de dégraissage constituée essentiellement d'une solution de matière tensio-active dans au moins un solvant aliphatique halogéné liquide à température ambiante et ayant un point d'ébullition n'excédant pas 85°C, caractérisée en ce que la matière active comprend :

a) au moins un composé de formule générale :



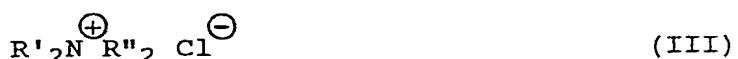
dans laquelle  $p$  est un nombre allant de 1 à 2,  $R$  désigne un radical alkyle, linéaire ou ramifié, contenant de 1 à 18 atomes de carbone,  $R^1$  et  $R^2$ , identiques ou différents, représentent chacun un atome d'hydrogène ou un radical alkyle ou hydroxyalkyle contenant 1 à 4 atomes de carbone,  $R_F$  représente un radical perfluoroalkyle, linéaire ou ramifié, contenant de 2 à 20 atomes de carbone et  $X$  désigne un groupe de liaison bivalent éventuellement partiellement halogéné,

b) au moins un composé de formule générale :



dans laquelle  $p$  et  $R$  ont la même signification que ci-dessus,  $R'$  désigne un radical alkyle, linéaire ou ramifié, contenant de 6 à 18 atomes de carbone et  $R''$  est un radical méthyle ou éthyle, et éventuellement

c) un composé de formule générale :



dans laquelle  $R'$  et  $R''$  ont les mêmes significations que précédemment, à raison de 0,5 à 0,7 mole de composé(s) de formule (IV), de 0,5 à 0,3 mole de composé(s) de formule (V) et de 0 à

- 13 -

0,5 mole de composé de formule (III) par mole de composés (IV) et (V).

2. Composition selon la revendication 1, dans laquelle les composés de formules (IV) et (V) sont présents en proportion sensiblement équimolaire et la teneur en composé (III) est comprise entre 0,1 et 0,5 mole, de préférence environ 0,2 mole, par mole de composés (IV) et (V).

3. Composition selon la revendication 1 ou 2, dans laquelle le solvant aliphatique halogéné est un chlorofluorocarbure, un hydrochlorofluorocarbure, un solvant chloré, un éther fluoré ou un mélange de tels solvants entre eux ou avec un hydrofluorocarbure saturé ou non.

4. Composition selon la revendication 1 ou 2, dans laquelle le solvant aliphatique halogéné est le 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroéthane, le 1,1-dichloro-1-fluoroéthane, le 1,1-dichloro-2,2,2-trifluoroéthane ou le 1,1-dichloro-2,2,3,3,3-pentafluoropropane.

5. Composition selon l'une des revendications 1 à 4, dans laquelle la teneur en matière tensio-active est comprise entre 0,01 et 30 % en poids.

6. Procédé de préparation d'une composition selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il consiste à faire réagir, au sein d'un solvant aliphatique halogéné ou d'un mélange de tels solvants, une mole d'un acide mono- ou dialkyphosphorique de formule générale :



avec 0,5 à 0,7 mole d'une amine fluorée de formule générale :



0,5 à 0,3 mole d'une base alcaline et, en dernier lieu, 0,3 à 1 mole d'un chlorure d'ammonium quaternaire de formule :



en proportions telles que le rapport molaire : (amine I + base alcaline)/acide II soit égal à 1, que la quantité molaire de chlorure III soit au moins égale à celle de base alcaline et que le rapport molaire : (chlorure III - base alcaline)/acide II soit au plus égal à 0,5, puis à séparer le chlorure alcalin formé.

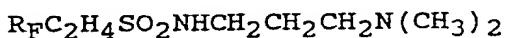
7. Procédé selon la revendication 6, dans lequel les réactifs sont introduits dans l'ordre suivant : (II), (I), base alcaline, (III).

8. Procédé selon la revendication 6 ou 7, dans lequel la base alcaline est l'hydroxyde de sodium.

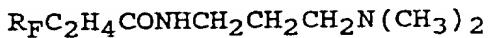
9. Procédé selon l'une des revendications 6 à 8, dans lequel le chlorure alcalin formé est séparé par filtration, centrifugation, soutirage ou extraction à l'eau.

10. Procédé selon l'une des revendications 6 à 9, dans lequel on utilise un mélange d'acide monoalkylphosphorique et d'acide dialkylphosphorique dont la proportion pondérale est comprise entre environ 60/40 et 40/60.

11. Procédé selon l'une des revendications 6 à 10, dans lequel l'amine fluorée est choisie parmi les amines de formules :



ou



- 15 -

12. Procédé selon l'une des revendications 6 à 11, dans lequel le chlorure d'ammonium quaternaire est le chlorure de diméthyl didodécyl ammonium ou de diméthyl dioctadécyl ammonium.

13. Procédé selon l'une des revendications 6 à 12, dans lequel le rapport molaire : (chlorure III - base alcaline)/acide II est égal à environ 0,2.

14. Utilisation d'une composition selon l'une des revendications 1 à 5 pour le démouillage ou le dégraissage de surfaces solides.

## REpublique fran aise

2691473

**INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIETE INDUSTRIELLE**

# RAPPORT DE RECHERCHE

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

**N° d'enregistrement**

FR 9206201  
FA 472939

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
D, X	FR-A-2 522 007 (PCUK) * page 6, ligne 8 - page 11, ligne 14 * ---	1-5, 14
A	WO-A-8 600 329 (ATOCHEM) * page 1, ligne 24 - page 5, ligne 6 * ---	1-14
D, A	FR-A-1 541 592 (DUPONT NEMOUR) * page 3, colonne 1, dernier alinéa - page 3, colonne 2, alinéa 1 * -----	6-13
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
		C23G B01D
Date d'achèvement de la recherche		Examinateur
04 FEVRIER 1993		SCHMIDT H.R.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		
X : particulièrement pertinent à lui seul		
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		
A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général		
O : divulgation non-écrite		
P : document intercalaire		
T : théorie ou principe à la base de l'invention		
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.		
D : cité dans la demande		
L : cité pour d'autres raisons		
& : membre de la même famille, document correspondant		